

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-26304

(43) 公開日 平成7年(1995)1月27日

(51) Int.Cl. <sup>8</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
B 2 2 F 9/04	C			
1/00	A			
C 2 3 C 8/26		7516-4K		

審査請求 未請求 請求項の数3 書面 (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平5-220443

(22) 出願日 平成5年(1993)7月8日

(71) 出願人 000224802

同和鉄粉工業株式会社

岡山県岡山市築港栄町7番地

(72) 発明者 重蔵 雅司

岡山県岡山市築港栄町7番地 同和鉄粉工業株式会社内

(72) 発明者 竹内 彰一

岡山県岡山市築港栄町7番地 同和鉄粉工業株式会社内

(74) 代理人 弁理士 浅賀 一樹

(54) 【発明の名称】 金属粉末射出成形用鉄粉の製造方法

(57) 【要約】

【目的】 成形性、脱脂性、保形性、反応性および焼結性に優れ、金属粉末射出成形法用に最適な鉄粉を安価に安定して高収率で多量生産できる鉄粉の製造方法を提供する。

【構成】 還元鉄粉を窒化した後、機械的手段により粉砕して篩分・分級し、得られた所要粒度の微粉状鉄粉末をそのまま或は脱窒素処理した後、所要粒度に解砕または粉砕して篩分・分級し、粒度調整することを特徴とする金属粉末射出成形法用鉄粉の製造方法。

1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】還元鉄粉を窒化した後、機械的手段により粉砕して篩分・分級し、得られた所要粒度の微粉状鉄粉末をそのまま或は更に該微粉状鉄粉末を脱窒素処理した後、所要粒度に解砕または粉砕して篩分け・分級することを特徴とする金属粉末射出成形用鉄粉の製造方法。

【請求項2】前記還元鉄粉が酸化鉄を主成分とする原料を固体還元剤と共に或は還元性ガスで低温還元熱処理して得られた海綿状鉄粉であることを特徴とする請求項1記載の金属粉末射出成形用鉄粉の製造方法。

【請求項3】前記微粉状鉄粉末の平均粒径が3~20 $\mu\text{m}$ であり、かつ粒径10 $\mu\text{m}$ 以下が30wt%以上である請求項1または2記載の金属粉末射出成形用鉄粉の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、金属粉末射出成形用鉄粉の製造方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】射出成形法は、粉末冶金における金型プレスによる一般的な方法と比較し、金型プレスでは製造できない3次元構造物や薄肉、小型部品が製造でき、そのうえ量産性において優れており、特にその一環である金属粉末射出成形法(Metal Injection Molding:以下、「MIM法」という)は、精密成形を可能とした複雑形状の金属部品加工法として注目されており、実際の生産技術として確立されつつある。

【0003】上記MIM法は、金属微粉末を有機バインダと混練して原料を得る混練工程、原料をプラスチックの成形の場合と同様に射出成形し成形体を得る射出成形工程、成形体に熱処理等を施して成形体からバインダを除去する脱脂工程、脱脂した成形体を焼結する焼結工程を順次行なう方法である。

【0004】しかしながら、MIM法の技術自体の困難性もさることながら、必要な金属粉末が安定して自由に入手できないという問題が解決されておらず、MIM法の技術発展の足かせともなっている。

【0005】原料である金属微粉末を安定的に確保することが非常に重要であるが、このMIM法用粉末には次のような問題点がある。

(1)いかなる特性を有する金属粉末がMIM法に最適であるか。

(2)MIM法に最適な特性を有する一定品質の金属粉末をいかにして安定して安価に入手できるか。

【0006】上記の問題点を解決すべく多くの研究がなされ、各種方法による微粉末が提案されている。例えば、電解鉄粉、カーボニル鉄粉、ガスアトマイズ鉄粉および水アトマイズ鉄粉等が提案されているが、いずれも次のような欠点がある。

2

(イ)電解鉄粉は、電解鉄そのものが極めて高価なため、それを所要の粒度に粉砕し粒度調整したものは更に高価であり、しかも合金元素との反応性特に焼結性が悪くて品質的にも劣るので、現在MIM法用としては使用されていない。

(ロ)カーボニル鉄粉は種々の長所を有しているが、発火性であるので、 $\text{N}_2$ ガス等の不活性ガス中に保存しなくてはならず、保安上の問題があつて取扱いが難しく、品質的には比較的安定しているが、極めて高価であるという欠点がある。

(ハ)ガスアトマイズ鉄粉は、形状的にはMIM法用金属粉末として適した面もあるが、保形性が悪くて高価であり、製造工程における微粉末の収率が非常に低いため安定した供給が困難であるという最大の欠点がある。

(ニ)水アトマイズ鉄粉は形状が不規則なため、充填密度が低く流動性が悪いといった欠点があり、更により高タッパ密度の達成および収率アップによる低価格化等の問題がある。

## 【0007】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、上記のような従来技術の諸問題点を解消し、成形性、脱脂性、保形性、反応性および焼結性に優れ、MIM法に適した鉄粉を安価に安定して高収率で多量生産できる製造方法を提案するものである。

## 【0008】

【課題を解決するための手段】本発明は、還元鉄粉を窒化した後、機械的手段により粉砕して篩分け・分級し、得られた所要粒度の微粉状鉄粉末をそのまま、或は更に該微粉状鉄粉末を脱窒素処理した後、所要粒度に解砕あるいは粉砕して篩分・分級し、粒度調整することを特徴とするMIM法用鉄粉の製造方法を提供するものである。

【0009】上記還元鉄粉は、酸化鉄を主成分とする原料を固体還元剤、例えばコークス粉等と共に或は還元性ガスで低温還元熱処理して得られた海綿状鉄粉である。本発明法で製造されるMIM法用鉄粉は、平均粒径が3~20 $\mu\text{m}$ であり、かつ粒径10 $\mu\text{m}$ 以下が30wt%以上、好ましくは50wt%以上であることが好ましい。次に、本発明を詳細に説明する。

【0010】還元鉄粉では、ミルスケール還元鉄粉と鉍石還元鉄粉が代表的であるが、いずれも粒子形状が不規則な海綿状であり、多孔質で見掛け密度は中以下であるが、合金元素との反応性に優れ、焼結性が良い等の特徴がある。

【0011】まず、ミルスケール還元鉄粉を製造するミルスケール還元法は、原料の純度および見掛け密度が高いという特徴を利用し、鋼材の熱間圧延時に発生する高純度のミルスケールを原料とし、その製造工程としては粗還元工程と仕上げ還元工程とからなり、粗還元工程では、乾燥-磁選-粉砕-分級されたミルスケールを固体還元

10

20

30

40

50

剤、例えばコークス粉（脱硫剤として石灰を含む）と共に耐火物SiC容器（サガー）内に層状に充填し、1100～1200℃程度の温度範囲で還元する。

【0012】この粗還元工程では、酸化鉄の還元、粒子の焼結、浸炭が行なわれるが浸炭反応が過剰に進行しない程度に酸化鉄を還元することが大切である。

【0013】仕上還元工程では、粗還元工程で得られた海绵鉄を180μm以下に粉砕した後、H<sub>2</sub>ガスまたは分解NH<sub>3</sub>ガス中で約800～1000℃の温度範囲で脱炭と焼鈍を兼ねた仕上還元をし、軽く焼結された鉄粉ケーキを解砕・篩分けし粒度調整して還元鉄粉を製造する。なお、仕上還元の代わりに、後記の精製還元を行なってもよい。

【0014】上記のミルスケール還元法で得られる還元鉄粉の特性の一例を示せば、化学成分はFe:99.4wt%, Si:0.04wt%, Mn:0.25wt%, O:0.25wt%で、見掛け密度は2.50g/cm<sup>3</sup>、流動度:27.0sec/50g、還元減量:0.14wt%であり、高密度用、中・低密度用で若干の差異がある。

【0015】鉾石還元法としては、代表的なヘガネス法があり、その製造工程は上記のミルスケール還元鉄粉製造工程とほぼ同様であるが、その原料としては、高純度のマグネタイトの鉾石（例えばT. Fe:71.34%, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>:95.94%, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>2.75%）が主体であるが、また硫化鉄鉾を原料として本出願人等が開発した鉾石還元鉄粉製造法がある。

【0016】該法は、高純度の硫化鉄鉾を流動焙焼炉および回転炉により脱硫および酸化焙焼して高純度の酸化鉄を製造し、これを原料として使用する。即ち、ヘガネス法と同様な粗還元工程の後、脱炭を目的とした精製還元を行なうが、この工程では還元ガスは全く使用せず、酸化鉄を添加して800～1100℃程度の温度範囲で脱炭と還元を行なうのである。

【0017】また、用途によって、180μm以下に粉砕した後、上記の仕上還元工程と同様にH<sub>2</sub>ガスまたは分解NH<sub>3</sub>ガス中で仕上げ還元して、得られた鉄粉ケーキを解砕・篩分けして粒度調整し、鉾石還元鉄粉を製造する。

【0018】また、鉾石還元鉄粉法としては、輸入鉄鉾石を原料とし、乾留炭を還元剤に使用してロータリーキルンで粗還元し、得られた海绵鉄を粉砕後、トンネルキルンで精製還元し、解砕・篩分けし、粒度調整して還元鉄粉を製造してもよい。

【0019】上記鉾石還元法で得られる還元鉄粉の特性の一例を示せば、化学成分はFe:99.4wt%, Si:0.06wt%, Mn:0.08wt%, O:0.27wt%で、見掛け密度:2.50g/cm<sup>3</sup>、流動度:30sec/50g、還元減量:0.14%であり、高密度用、中・低密度用で若干の差異がある。

【0020】更に、還元鉄粉の製造方法として、H<sub>2</sub>ガス、分解NH<sub>3</sub>ガス、浸炭性ガス等の還元性ガスを使用した流動化法、レトルト法、シャフト炉法、電気炉法等がある。

【0021】これら各種の方法で製造される還元鉄粉は、原料である酸化鉄が固相で還元される際に粒子内部に気孔が発生して海绵状、多孔質となっており、従って粒子形状は不規則で概して見掛け密度が低い。

【0022】上記のようにして製造した還元鉄粉を窒化処理した後、機械的手段により粉砕・篩分・分級して、所定の平均粒径および粒度分布に粒度調整する。

【0023】この窒化処理は、NH<sub>3</sub>ガス或は鉄粉中の炭素量調整のため、浸炭性ガスとNH<sub>3</sub>ガスをを用い、温度:約450～650℃、保持時間:約1.0～20時間の条件で窒化させる。その窒化率は約35%以上とし、好ましくは70%以上とする。

【0024】450℃以下では所要の窒化率が得られず、一方650℃以上ではNH<sub>3</sub>ガスの分解が促進され、使用NH<sub>3</sub>ガス量に対する窒化率が低下し、また拡散層の窒素脱着も大きく、窒化効率が悪い。還元鉄粉は海绵状で多孔質であるので、他の鉄粉に比較して窒化され易く、鉄粉内部まで窒化が進み脆化される。

【0025】上記のように、窒化された還元鉄粉は機械的手段で粉砕し易くなり、あらかじめ粗砕した後、例えばスタンプミルやボールミル等により本格的に粉砕する。その後、所要の平均粒径で比較的狭い粒度分布の窒化還元鉄粉を篩分・分級により粒度調整し、粒状の窒化還元鉄粉とする。

【0026】上記の方法で得られた窒化還元鉄粉は、MIM法で使用されるとき、混練工程、射出成形工程および脱脂工程で変色・変質が少なく、また保形性に優れ、更に焼結工程では合金元素との反応性が良好で、しかも焼結性に優れ、品質が安定しており、その上低価格であるという特徴がある。

【0027】更に、その特性の一例を示せば次の通りである。平均粒径:9.0μm、粒度分布:10μm以下が64.4wt%であり、化学成分としては、Fe:93.5wt%, C:0.43wt%, Si:0.02wt%, Mn:0.27wt%, P:0.006wt%, S:0.006wt%, N:5.04wt%、窒化率:85.5%であり、その物性は見掛け密度:2.46g/cm<sup>3</sup>、タップ密度:3.4g/cm<sup>3</sup>、比表面積0.58m<sup>2</sup>/gである。

【0028】上記のようにして製造した窒化還元鉄粉は、そのままMIM法用として充分使用できるが、高度な寸法精度が要求される場合や窒化還元鉄粉中の鉄以外の不純物元素が嫌われる場合には、必要に応じて脱窒素処理をする。

【0029】脱窒素処理は、窒化還元鉄粉中に生成される窒化物中の窒素および拡散層中の窒素の分解・脱着と

該粉末中の酸素量と炭素量を低下させる還元脱炭焼鈍のために、約400～900℃の還元ガス、不活性ガス或は真空中（好ましくは水素ガス中で）で約0.5～20時間保持して脱窒素、脱酸素、脱炭する。

【0030】水素ガス中で脱酸素反応は約350℃から起こり、約400℃になると脱炭反応が起こる。更に、約600℃で脱炭反応が起こる。処理温度が低いと、各元素の拡散速度が遅いため、長時間処理が必要となるが、逆に900℃を超えると、粉末どうしの焼結が著しくなると、次の解砕或は粉砕処理が難しくなる。このため、好ましくは600～700℃の温度範囲で処理する。この脱窒素処理により、鉄粉自体の靱性も回復させることができるのである。

【0031】次に、脱窒素処理後の鉄粉末を再びボールミル等により解砕或は粉砕し、篩分分級して所定の粒度に粒度調整し、所望の平均粒径と粒度分布の鉄粉とする。

【0032】上記のようにして製造された脱窒素処理後の鉄粉は、上記窒化還元鉄粉と同様に成形性、脱脂性、保形性、反応性および焼結性に優れており、更に高い寸法精度をもたらし、高純度となり、品質も安定していて、その上低価格であるという特徴がある。

【0033】更に、その特性の一例を示せば次の通りである。平均粒径：9.3 $\mu$ m、粒度分布：10 $\mu$ m以下が51.4wt%であり、化学成分としては、Fe：99.3wt%、C：0.01wt%、Si：0.02wt%、Mn：0.29wt%、P：0.006wt%、S：0.005wt%、N：0.01wt%であり、その物性は見掛け密度：2.15g/cm<sup>3</sup>、タップ密度：3.2g/cm<sup>3</sup>、比表面積：0.43m<sup>2</sup>/gである。次に、本発明の実施例を試験例により説明する。

#### 【0034】

##### 【実施例】

##### 試験例1

本試験に供試した還元鉄粉はミルスケール還元法により製造したものであり、その化学成分はFe：98.8wt%、Si：0.03wt%、Mn：0.27wt%、P：0.007wt%、S：0.006wt%、見掛け密度2.46g/cm<sup>3</sup>であり、その粒度分布は+75 $\mu$ m：3.9wt%、+63 $\mu$ m：13.9wt%、+45 $\mu$ m：30.5wt%、-45 $\mu$ m：51.7wt%である。

【0035】上記の還元鉄粉（50kg）を試験用窒化炉（外熱型回転式円筒型炉）中に装入し、NH<sub>3</sub>ガス雰囲気、温度550℃、保持時間120分間の条件で窒化処理した後、室温まで不活性ガス気流中で冷却した。得られた窒化還元鉄粉をX線回折と窒素分析を行なったところ、Fe<sub>4</sub>Nの形態で88wt%の窒化率であった。該鉄粉を振動ボールミルで60分間粉砕した後、篩分けし、分級を2回繰り返した。

【0036】得られた窒化鉄粉は、平均粒径：7.1 $\mu$ m、粒度分布：10 $\mu$ m以下が77wt%であり、その化学成分はFe：93.3wt%、C：0.45wt%、Si：0.01wt%、Mn：0.26wt%、P：0.006wt%、S：0.005wt%、N：5.12wt%、窒化率：86.8wt%であり、見掛け密度：2.44g/cm<sup>3</sup>、タップ密度：3.4g/cm<sup>3</sup>、比表面積：0.60m<sup>2</sup>/gであった。その歩留りは89.0%で、MIM法用として充分使用できるものであった。

##### 【0037】試験例2

上記試験例1で製造した窒化還元鉄粉25kgを採取し、試験用脱窒素炉（外熱型回転式円筒型炉）に装入し、H<sub>2</sub>ガス中、温度650℃、保持時間60分間の条件で脱窒素処理した後、室温まで不活性ガス気流中で冷却した。

【0038】冷却後に化学成分を分析したところ、窒素：0.005wt%、炭素：0.01wt%、酸素：0.35wt%で、脱窒素、脱炭および脱酸素が充分行なわれていることが確認された。更に、該鉄粉を振動ボールミルで60分間粉砕した後、篩分け・分級を2回繰り返した。

【0039】得られた脱窒素鉄粉は、平均粒径：7.6 $\mu$ m、粒度分布：10 $\mu$ m以下が75.0wt%であり、その化学成分はFe：99.3wt%、C：0.01wt%、Si：0.01wt%、Mn：0.28wt%、P：0.006wt%、S：0.004wt%、N：0.01wt%であり、その物性は見掛け密度：2.08g/cm<sup>3</sup>、タップ密度：3.2g/cm<sup>3</sup>、比表面積：0.47m<sup>2</sup>/gであった。その歩留りは90%であり、還元鉄粉からの総合歩留りは80.1%であった。

【0040】上記のようにして製造した脱窒素鉄粉は、MIM法用として充分使用できるものであった。

##### 【0041】

【発明の効果】本発明法の特徴と効果を列記すれば、次の通りである。

(1) 原料とする還元鉄粉が比較的安価に安定して入手できる。

(2) 還元鉄粉は海綿状で多孔質なので、窒化処理等ガス-固体間反応が迅速に進行する。

(3) 還元鉄粉は他の合金元素との反応性がよく、粒子間の焼結性に優れており、高密度化処理も容易にできる。

(4) 上記のような特性と特徴を有する還元鉄粉を原料として製造した本発明に係る鉄粉は成形性、脱脂性、保形性、反応性および焼結性に優れ、MIM法用金属粉末として最適である。

(5) 本発明により製造した鉄粉はその形状が粒状であり、平均粒径10 $\mu$ m以下でその粒度分布が狭く、MI

(5)

特開平7-26304

7

M法用鉄粉として最適である。

8

収率で多量生産することができる。

(6) 更に、MIM法用鉄粉を安価にしかも安定して高